

BEST AVAILABLE COPY

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 08-220027

(43)Date of publication of application : 30.08.1996

(51)Int.Cl.

G01N 23/223

(21)Application number : 07-023204

(71)Applicant : TECHNOS KENKYUSHO:KK

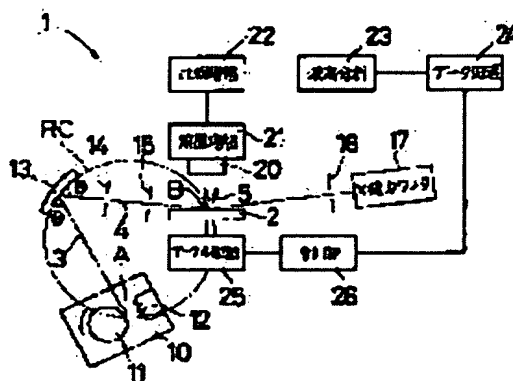
(22)Date of filing : 10.02.1995

(72)Inventor : TERADA SHINICHI

(54) X-RAY FLUORESCENCE ANALYZER**(57)Abstract:**

PURPOSE: To provide the X-ray fluorescence analyzer, which can improve the intensity of exciting X rays and the measuring accuracy, by suppressing the deterioration of the X-ray intensity caused by the generation of X-ray monochrome as much as possible.

CONSTITUTION: An X-ray fluorescence analyzer 1 is constituted of an X-ray generator 10, a spectral crystal 13, which generates the monochrome from the X rays generated in the X-ray generator 10, an X-ray detector 20 for detecting fluorescent X rays 5, which are generated from a sample 2 by casting X-ray fluxes on the sample 2, a preamplifier 21, a proportional amplifier 22, a pulse height analyzer 23, a data processor 24 and the like. The crystal surface of the spectral crystal 13 is curved in the shape of the curved surface. The spectral crystal 13, an X-ray focal point A of the X-ray generator 10 and an irradiated position B of the sample 2 are arranged on the circumference of a Rowland circle RC with a radius R, respectively.

**LEGAL STATUS**

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-220027

(43) 公開日 平成8年(1996)8月30日

(51) Int. Cl.⁶

G 0 1 N 23/223

識別記号

庁内整理番号

F I

G 0 1 N 23/223

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願平7-23204

(22) 出願日 平成7年(1995)2月10日

(71) 出願人 591221293

株式会社テクノス研究所

大阪府枚方市招提北町1丁目2245番地1

(72) 発明者 寺田 慎一

大阪府枚方市招提北町1丁目2245番地1

株式会社テクノス研究所内

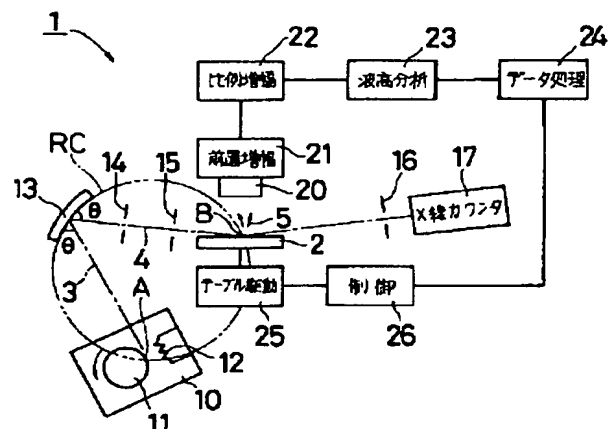
(74) 代理人 弁理士 西教 圭一郎 (外2名)

(54) 【発明の名称】 蛍光X線分析装置

(57) 【要約】

【目的】 X線単色化によるX線強度低下を可及的に抑制して、励起X線強度および測定精度の向上が可能な蛍光X線分析装置を提供する。

【構成】 蛍光X線分析装置1は、X線発生器10と、X線発生器10から発生するX線を単色化する分光結晶13と、X線束4が試料2に入射して、試料2から発生する蛍光X線5を検出するX線検出器20と、前置増幅器21、比例増幅器22、波高分析器23およびデータ処理器24などで構成される。分光結晶13の結晶面は曲面状に湾曲しており、分光結晶13、X線発生器10のX線焦点Aおよび試料2の照射位置Bは、半径Rのローランド円RCの円周上にそれぞれ配置される。



【特許請求の範囲】

【請求項 1】 励起用の X 線を発生する X 線発生手段と、

前記 X 線発生手段が発生する X 線を単色化するための X 線回折手段と、

前記 X 線回折手段で分離された単色 X 線を試料に照射して、試料から発生する蛍光 X 線を検出するための X 線検出手段とを備える蛍光 X 線分析装置において、前記 X 線回折手段は、結晶面が曲面状に湾曲した分光結晶であって、該分光結晶、X 線発生手段の X 線焦点および試料の照射位置がローランド円上にそれぞれ配置されていることを特徴とする蛍光 X 線分析装置。

【請求項 2】 励起用の X 線を発生する X 線発生手段と、

前記 X 線発生手段が発生する X 線を単色化するための X 線回折手段と、

前記 X 線回折手段で分離された単色 X 線を試料に照射して、試料から発生する蛍光 X 線を検出するための X 線検出手段とを備える蛍光 X 線分析装置において、前記 X 線回折手段は、結晶面が楕円の一部分を成す形状に湾曲した分光結晶であって、X 線発生手段の X 線焦点および試料の照射位置が当該楕円の焦点にそれぞれに配置されていることを特徴とする蛍光 X 線分析装置。

【請求項 3】 励起用の X 線を発生する X 線発生手段と、

前記 X 線発生手段が発生する X 線を単色化するための X 線回折手段と、

前記 X 線回折手段で分離された単色 X 線を試料に照射して、試料から発生する蛍光 X 線を検出するための X 線検出手段とを備える蛍光 X 線分析装置において、前記 X 線回折手段は、結晶面が放物線の一部を成す形状に湾曲した分光結晶であって、X 線発生手段の X 線焦点が当該放物線の焦点に配置されていることを特徴とする蛍光 X 線分析装置。

【請求項 4】 試料表面で全反射するように X 線を照射し、試料表面から全反射方向以外の方向に発生する蛍光 X 線を検出することを特徴とする請求項 2 または 3 記載の蛍光 X 線分析装置。

【請求項 5】 X 線回折手段は、回折格子面に対する X 線入射角度および X 線回折角度を θ 、回折格子面の面間隔を d 、単色 X 線の波長を λ とおいて、ブラッグ条件 $2 \cdot d \cdot \sin \theta = n \cdot \lambda$ (但し、 n は 1 以上の自然数) を満足するとともに、X 線の入射位置に応じて X 線入射角度 θ が変化しても、波長 λ が一定になるように回折格子面間隔 d が場所によって変化していることを特徴とする請求項 2 または 3 記載の蛍光 X 線分析装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、シリコンウエハ等の試

料に励起 X 線を照射して、試料から発生する蛍光 X 線を、たとえばエネルギー分散方式 (EDX: Energy Dispersive X-rayspectrometer) で分析するための蛍光 X 線分析装置に関する。

【0002】

【従来の技術】 従来、たとえば光学的に平滑な平面を有するシリコンウエハなどの試料に、低い入射角度で X 線を照射することによって、試料の表面近傍に存在する元素からの蛍光 X 線を検出する全反射蛍光 X 線分析装置 (Total Reflection X-ray Fluorescence) が知られており、励起 X 線を試料表面上で全反射させることによって、試料の表面近傍のみの情報を高 S/N 比で得ることができる。

【0003】 X 線発生源が放射する X 線スペクトルは、対陰極物質、印加電圧、印加電流などに依存し、一般には、熱電子の制動放射による連続したスペクトル分布を示す連続 X 線 (白色 X 線) と、対陰極物質に固有な急峻なピークを示す特性 X 線とが重畳したものである。

【0004】 そこで、X 線発生源の対陰極から発生する特性 X 線を、分光結晶とスリットなどから成る分光手段によって単一の特性 X 線を分離してから、試料に照射するモノクロ全反射蛍光 X 線分析装置 (特開平 1-272124 号) が提案されており、励起 X 線の単色化によってバックグラウンドノイズが低減されて、微量元素の検出限界が向上するため、特に、IC 用の半導体ウエハ上の微量元素汚染検出の分野で急速に普及している。

【0005】 他に、励起 X 線の波長域が異なる一対の X 線源および分光結晶を複数設けて、単色 X 線の励起波長を順次切替えることによって、分析対象元素の多様化を図った蛍光 X 線分析装置が開示されている (特開平 6-174664 号 (特願平 4-350602 号))。

【0006】 たとえばシリコンウエハ上の汚染物質のうち、特に、Fe、Ni、Cu、Zn、Al、Na などの元素が重要な分析対象であり、これらの元素に対する検出感度を最大に設定するために、W (タングステン) などから成る対陰極を備えた X 線発生源を用いて、W の特性 X 線のうち、 $L\beta 1$ 線 (9.671 keV) が励起 X 線として使用されている。その理由として、(a) 寿命や X 線放射特性などの見地から、対陰極用の材料として W が一般に広く用いられており、しかも大電力を印加することが可能である、(b) $W-L\beta 1$ 線は、Zn の K 吸収端 (9.660 keV) より高く、しかも W と同様に高寿命な対陰極材料、たとえば Mo、Ag、Rh の主要な特性 X 線のうち最も低いエネルギーを有するため、分析対象元素を励起する励起効率が優れている、等が挙げられる。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】 近年の集積回路の高密度化に伴い、シリコンウエハの表面汚染の管理が重要視される傾向にあるため、微量元素の検出限界がより向上

し、しかも短時間で測定可能な分析手法が要求されている。

【0008】従来のモノクロ蛍光X線分析装置では、結晶面が平坦な分光結晶を使用しているおり、X線発生源からのX線が分光結晶によって回折すると、ブラッグ条件に従って波長別に回折方向が分散する。そこで、スリット等を用いて所定方向に回折した単色X線を取り出すと、試料を照射するための励起X線の強度がかなり小さくなってしまい、所定のS/N比および波長分解能を確保しようとする測定時間が長くなってしまふ。

【0009】本発明の目的は、X線単色化によるX線強度低下を可及的に抑制して、励起X線強度および測定精度の向上が可能な蛍光X線分析装置を提供することである。

【0010】

【課題を解決するための手段】本発明は、励起用のX線が発生するX線発生手段と、前記X線発生手段が発生するX線を単色化するためのX線回折手段と、前記X線回折手段で分離された単色X線を試料に照射して、試料から発生する蛍光X線を検出するためのX線検出手段とを備える蛍光X線分析装置において、前記X線回折手段は、結晶面が曲面状に湾曲した分光結晶であって、該分光結晶、X線発生手段のX線焦点および試料の照射位置がローランド円上にそれぞれ配置されていることを特徴とする蛍光X線分析装置である。また本発明は、励起用のX線が発生するX線発生手段と、前記X線発生手段が発生するX線を単色化するためのX線回折手段と、前記X線回折手段で分離された単色X線を試料に照射して、試料から発生する蛍光X線を検出するためのX線検出手段とを備える蛍光X線分析装置において、前記X線回折手段は、結晶面が楕円の一部分を成す形状に湾曲した分光結晶であって、X線発生手段のX線焦点および試料の照射位置が当該楕円の焦点にそれぞれに配置されていることを特徴とする蛍光X線分析装置である。また本発明は、励起用のX線が発生するX線発生手段と、前記X線発生手段が発生するX線を単色化するためのX線回折手段と、前記X線回折手段で分離された単色X線を試料に照射して、試料から発生する蛍光X線を検出するためのX線検出手段とを備える蛍光X線分析装置において、前記X線回折手段は、結晶面が放物線の一部分を成す形状に湾曲した分光結晶であって、X線発生手段のX線焦点が当該放物線の焦点に配置されていることを特徴とする蛍光X線分析装置である。また本発明は、試料表面で全反射するようにX線を照射し、試料表面から全反射方向以外の方向に発生する蛍光X線を検出することを特徴とする。また本発明は、X線回折手段は、回折格子面に対するX線入射角度およびX線回折角度を θ 、回折格子面の面間隔を d 、単色X線の波長を λ とにおいて、ブラッグ条件 $2 \cdot d \cdot \sin \theta = n \cdot \lambda$ （但し、 n は1以上の自然数）を満足するとともに、X線の入射位置に応じてX線

入射角度 θ が変化しても、波長 λ が一定になるように回折格子面間隔 d が場所によって変化していることを特徴とする。

【0011】

【作用】本発明に従えば、X線回折手段として、結晶面が曲面状に湾曲した分光結晶を使用することによって、特定波長のX線に着目すると、1点から発散したX線が再び1点に収束する集中光学系を構成することができる。そこで、X線焦点から放射されるX線束が所定発散角で拡がりを持つ場合に、該分光結晶、X線発生手段のX線焦点および試料の照射位置をローランド円上にそれぞれ配置することによって、分光結晶によって単色化されたX線を試料上に効率良く収束させることができる。したがって、X線発生手段からのX線利用効率が向上して、励起X線の強度を格段に増加させることができる。

【0012】また本発明に従えば、X線回折手段として、結晶面が楕円の一部分を成す形状に湾曲した分光結晶を使用することによって、上述と同様に、特定波長のX線に着目すると、1点から発散したX線が再び1点に収束する集中光学系を構成することができる。そこで、X線焦点から放射されるX線束が所定発散角で拡がりを持つ場合に、X線焦点および試料の照射位置を当該楕円の焦点にそれぞれに配置することによって、分光結晶によって単色化されたX線を試料上に効率良く収束させることができる。したがって、X線利用効率が向上して、励起X線の強度を格段に増加させることができる。

【0013】また本発明に従えば、X線回折手段として、結晶面が放物線の一部分を成す形状に湾曲した分光結晶を使用することによって、上述と同様に、特定波長のX線に着目すると、1点から発散したX線が平行ビームに収束する集中光学系を構成することができる。そこで、X線焦点から放射されるX線束が所定発散角で拡がりを持つ場合に、X線焦点を当該放物線の焦点に配置することによって、分光結晶によって単色化されたX線を試料上に効率良く収束させることができる。したがって、X線利用効率が向上して、励起X線の強度を格段に増加させることができる。

【0014】また、試料表面で全反射するようにX線を照射し、試料表面から全反射方向以外の方向に発生する蛍光X線を検出することによって、試料の表面近傍だけを分析する全反射蛍光分析が可能になり、特に表面の汚染元素の定性分析、定量分析が容易になる。

【0015】また、X線回折手段として分光結晶を使用し、回折格子面に対するX線入射角度を θ 、回折格子面の面間隔を d 、単色X線の波長を λ とにおいて、ブラッグ条件 $2 \cdot d \cdot \sin \theta = n \cdot \lambda$ （但し、 n は1以上の自然数）を満足するとともに、X線の入射位置に応じてX線入射角度 θ が変化しても、波長 λ が一定になるように回折格子面の面間隔 d が場所によって変化していること

によって、回折X線の単色性を劣化させることなくX線収束が可能になる。

【0016】

【実施例】図1は、本発明の一実施例を示すブロック図である。蛍光X線分析装置1は、W（タングステン）やMo（モリブデン）などで形成された回転対陰極11および熱電子を放出するフィラメント12などから成るX線発生器10と、X線発生器10から放射されるX線束3からW-M α 特性X線等のX線束4を分離するための分光結晶13およびコリメータ14、15と、単色化されたX線束4がシリコンウエハ等の試料2に入射して、その表面で全反射してスリット16を通過したX線の強度を計測する、シンチレーションカウンタなどのX線カウンタ17と、試料2から発生した蛍光X線5を検出するためのリチウムドリフト型Si検出器などのX線検出器20などで構成される。

【0017】X線検出器20からの出力信号は前置増幅器21に入力され、電荷パルスの時間積分値を波高に持つ階段状の電圧パルスに変換する。前置増幅器21からの出力信号は比例増幅器23に入力され、電圧パルスの立上がり幅に比例した波高を有するパルスに波形整形する。比例増幅器23からの出力信号は波高分析器23に入力され、各波高値の計数率を測定する。データ処理部24は、波高分析器23で測定されたデータを処理して磁気ディスクに格納したり、画面表示や印刷を行う。

【0018】テーブル駆動部25は、試料2の三次元位置および姿勢を決める移動テーブルを駆動する。制御部26は、データ処理部24からの指令に基づいてテーブル駆動部25を制御する。

【0019】分光結晶13として、LiF、黄玉石、Si、NaCl、方解石、Ge、 α -石英、黒鉛、InSb、ペンタエリトリートルや基板にSi層とW層が交互に複数堆積したSi/W人工累積膜などが用いられ、X線の入射方向と特定の回折格子面の配向を選択することによって、特定の波長を持つX線だけを一定方向に回折、反射させる働きを有する。

【0020】分光結晶13の結晶面は所定の曲率半径で曲面状に湾曲しており、凹面鏡を用いた光学系と同様に、特定波長のX線に関して、1点から発散したX線が再び1点に収束する集中光学系を構成している。分光結晶13、X線発生器10のX線焦点Aおよび試料2の照射位置Bは、半径Rのローランド円RCの円周上にそれぞれ配置されており、X線焦点Aから所定発散角で放射されたX線束3が分光結晶13によって回折し、試料2の照射位置Bに効率良く収束される。

【0021】図2は、図1における分光結晶13、X線焦点Aおよび照射位置Bの配置を示す概略図であり、ヨハンソン(Johansson)型の配置とも称される。分光結晶13は可撓性の薄い結晶を僅かに撓ませて、結晶面13bの曲率半径を2Rに設定している。さらに、X線が入

射する表面13aの形状が半径Rのローランド円RCと一致するように研磨やエッチング等によって円筒面状に加工されている。X線発生器10のX線焦点Aおよび試料2の照射位置Bはローランド円RC上に配置されている。

【0022】X線焦点Aから発散角 α で放射されたX線は、分光結晶13の結晶面13bで回折、反射した後、照射位置Bに向かって収束角 β で収束する。このとき発散角 α と収束角 β は一致するとともに($\alpha = \beta$)、幾何学上の考察からX線焦点A、表面13aの各点および照射位置Bを結ぶ2つの直線の交差角 ψ は一定になる。また、各直線と結晶面13bの接線と交差する角度 θ 、すなわちX線入射角およびX線回折角も一定になる。したがって、特定波長のX線に注目すると、分光結晶13の任意の位置でブラッグ条件を満足しており、単色X線に関する集中光学系を構成することができる。こうしてX線の単色化とともにX線利用効率も向上して、試料2への照射強度を格段に増加させることができる。

【0023】図1に戻って、X線検出器20および前置増幅器21は、暗電流や熱雑音の影響を回避するため、液体窒素などの冷却手段によって室温より極めて低い温度に保たれている。また、空気によるX線散乱の影響によって、散乱X線によるバックグラウンドの増大や、空気中のアルゴンの特性X線の発生を防止するため、励起X線または蛍光X線が通過する空間は、0.1 Torr以下の真空に保たれることが好ましい。

【0024】次に動作について説明する。X線発生器10において、フィラメント12から発生した熱電子が回転対陰極11に入射すると、たとえばWの特性X線であるL α 線(8.396 keV)、L β 1線(9.671 keV)、L β 2線(9.960 keV)およびM α 線(1.774 keV)ならびに白色X線が発生する。このようなX線束3が、たとえばLiFから成る分光結晶13に角度 θ で入射すると、面指数(200)の格子面によってたとえばW-M α 線だけが角度 θ で反射して分離される。こうして励起X線が単色化されることによって、信号バックグラウンドを構成する散乱線強度の低減化を図ることができる。分離されたX線束4は、コリメータ14、15を通過して、試料2に極めて低い角度、たとえば0.1度以下の角度で入射する。こうして、試料2の表面近傍に存在する元素、特に表面汚染元素のうち、たとえばW-M α 線より低いK吸収端を有する元素、たとえばFe、Ni、Cu、Zn、Al、Naが励起されて、各元素に特有の蛍光X線5が発生する。

【0025】試料2の汚染元素から発生した蛍光X線5は、X線検出器20で検出されて、X線光子のエネルギーに応じた電子・正孔対に変換されるため、その出力信号の強さは、検出したX線光子のエネルギーに比例する。したがって、X線検出器20の出力信号の強さを測定することによって、蛍光X線5のエネルギースペクト

ルを得ることが可能となる。

【0026】次の前置増幅器21は、入出力間に静電容量による負帰還回路を備え、入力電荷パルスの時間積分値を波高に持つ階段状の電圧パルスに変換する。次の比例増幅器22は、雑音除去のためのたとえばガウシアン型のフィルタと、短時間に2つ以上のX線光子が入射するパイルアップを除去するパイルアップリジェクタなどを備え、前置増幅器21の電圧パルスの立上がり幅に比例した波高を有するパルス信号に変換する。次の波高分析器23は、たとえばウィルキンソン型A/D変換器を備え、入力パルスの波高値に比例した数のクロックパルスに変換し、クロックパルスの数に対応した特定のチャンネル毎に計数を行ってメモリに格納する。そして、メモリに蓄えられたデータが、データ処理器24によって横軸にチャンネル（エネルギー）、縦軸に計数値を示すエネルギースペクトルに変換される。こうして、得られたエネルギースペクトルを分析することによって、試料2の特定領域に関する元素組成が判明するとともに、テーブル駆動部25によって試料2を走査することによって試料2の汚染マップを作成することができる。

【0027】図3は、本発明の他の実施例を示すブロック図である。蛍光X線分析装置1は、図1と同様な構成を有し、回転対陰極11およびフィラメント12などから成るX線発生器10と、X線発生器10からのX線束3からW-M α 特性X線等の狭い波長幅のX線束4を分離するための分光結晶13およびコリメータ14、15と、X線束4が試料2に入射して、その表面で全反射してスリット16を通過したX線の強度を計測するX線カウンタ17と、試料2から発生した蛍光X線5を検出するX線検出器20などで構成される。

【0028】X線検出器20から以降の信号処理および試料駆動系は図1のものと一致するため、同一符号を付して重複説明を省く。

【0029】分光結晶13として、図1と同様に、LiFやSiW人工累積膜などが用いられ、X線の入射方向と特定の回折格子面の配向を選択することによって、特定の波長を持つX線だけを一定方向に回折、反射させる。

【0030】図4は、図3における分光結晶13、X線焦点Aおよび照射位置Bの配置の一例を示す概略図である。分光結晶13は可撓性の薄い結晶を僅かに撓ませて、結晶面は楕円ECの一部を成す形状に湾曲しており、楕円鏡を用いた光学系と同様に、特定波長のX線に関して、1点から発散したX線が再び1点に収束する集中光学系を構成している。X線発生器10のX線焦点Aおよび試料2の照射位置Bは、楕円ECの各焦点にそれぞれ配置されている。

【0031】X線焦点Aから発散角 α で放射されたX線は、分光結晶13の結晶面で回折、反射した後、照射位置Bに向かって収束角 β で収束する。ここで、楕円EC

の一部を成す分光結晶13の位置をX線焦点A寄りに設定し、かつ楕円ECをより扁平にすることによって、発散角 α に比べて収束角 β を極めて小さくできる。

【0032】一方、図1に示した蛍光X線分析装置において、試料2の表面に対して全反射角度でX線束4を入射させる場合、X線束4の収束角 β が全反射臨界角 ϕ_c 以下でないと、全反射条件から外れるX線が現れる。したがって、全反射蛍光分析を行うためには、常に $\alpha = \beta < \phi_c$ を満足する必要がある。全反射臨界角 ϕ_c は、一般に極めて小さい値であり、たとえば9.67keVのX線をシリコンウエハに照射する場合は $\phi_c = 0.17$ 度になる。そのため、図1の配置を全反射蛍光分析に適用すると、X線焦点Aからの発散角 α を極めて小さくする必要がある。

【0033】それに対して、図3の配置では発散角 α に比べて収束角 β を小さくできるため、試料2に対する全反射条件を満たすことが容易になる。こうしてX線の単色化とともにX線利用効率も向上して、試料2への照射強度を格段に増加させることができる。

【0034】図5は、図3における分光結晶13、X線焦点Aおよび照射位置Bの配置の他の例を示す概略図である。分光結晶13は可撓性の薄い結晶を僅かに撓ませて、結晶面は放物線PCの一部を成す形状に湾曲しており、放物面鏡を用いた光学系と同様に、特定波長のX線に関して、1点から発散したX線が平行ビームに収束する集中光学系を構成している。X線発生器10のX線焦点Aは放物線PCの焦点に配置される。

【0035】X線焦点Aから発散角 α で放射されたX線は、分光結晶13の結晶面で回折、反射した後、照射位置Bに向かって収束角 $\beta = 0$ の平行ビームで進行する。そのため、仮に配置や形状の誤差が生じたとしても、発散角 α に比べて収束角 β を極めて小さくでき、試料2に対する全反射条件を満たすことが容易になる。こうしてX線の単色化とともにX線利用効率も向上して、試料2への照射強度を格段に増加させることができる。

【0036】図6は図4および図5の集中光学系におけるX線回折条件を示す拡大図であり、図6(a)は回折格子面の面間隔 d が一定である場合、図6(b)は回折格子面の面間隔 d が場所によって変化している場合を示す。分光結晶13の回折格子面に対するX線入射角度およびX線回折角度を θ 、回折格子面の面間隔を d 、単色X線の波長を λ とおくと、ブラッグ条件 $2 \cdot d \cdot \sin \theta = n \cdot \lambda$ （但し、 n は自然数）を満足するときX線回折が実現する。

【0037】まず図6(a)において、グラファイトやフッ化リチウム等の分光結晶13では回折格子面の面間隔 d が場所によらず一定であるため、X線焦点AからのX線が分光結晶13の近い領域に入射した場合、ブラッグ条件 $2 \cdot d \cdot \sin \theta = n \cdot \lambda$ が成立する。

【0038】一方、X線焦点AからのX線が分光結晶1

3の遠い領域に入射した場合、X線入射角度が θ_a ($< \theta$)に変化するため、ブラッグ条件 $2 \cdot d \cdot \sin \theta_a = n \cdot \lambda$ が成立する。したがって、照射位置Bに向かうX線のうち、分光結晶13の入射位置に依存してブラッグ条件を満たす波長が異なるため、X線の単色性を劣化させる要因になっている。X線焦点Aからの発散角が小さいと無視できるが、X線利用効率向上のために発散角を大きくすると、単色性が犠牲になる。

【0039】次に図6(b)において、人工累積多層膜等の分光結晶13では回折格子面の面間隔 d を場所によって変化させることが可能であり、X線焦点AからのX線が分光結晶13の近い領域に入射した場合、ブラッグ条件 $2 \cdot d \cdot \sin \theta = n \cdot \lambda$ が成立する。

【0040】一方、X線焦点AからのX線が分光結晶13の遠い領域に入射した場合、X線入射角度が θ_a ($< \theta$)に変化するが、この変化分を補正するように面間隔 d が d_a に変化しているため、同一波長 λ のX線に対してブラッグ条件 $2 \cdot d_a \cdot \sin \theta_a = n \cdot \lambda$ を成立させることができる。したがって、照射位置Bに向かうX線の波長が分光結晶13の入射位置に依存しなくなり、X線焦点Aからの発散角が大きいでもX線の単色性を向上できる。なお、回折格子面の面間隔 d の分布は、楕円ECや放物線PCの形状、分光結晶13とX線焦点Aとの相対位置、分光結晶13の形状、使用するX線波長等によって数学的に算出できる。

【0041】図7は、回折格子面の面間隔 d を空間的に変化させた分光結晶13の製造方法を示す構成図であ

る。図7において、CVD(化学気相成長)法やスパッタ法を用いて基板34上に人工累積多層膜を堆積させる例を示す。高速に加速されたイオンビーム30を成膜材料から成るターゲット31に照射して、ターゲット31の原子を叩き出して、放出された原子32を基板34に堆積させる。ターゲット31と基板34との間には、コンピュータ36の指令の下で駆動装置35によって駆動されるシャッタ33が設置され、基板34に対して平行移動自在に制御される。

【0042】成膜材料としてタングステンと炭素との組合せやモリブデンとシリコンとの組合せなどがあり、ターゲット31の交換によって成膜材料を選択し、イオンビーム30の照射エネルギーや照射時間、シャッタ33の移動速度等を調整することで、基板34上に形成される膜厚を場所によって変化させることができる。こうして得られた人工累積多層膜は、基板34の影響が少ないX線反射型の分光結晶13として用いられる。

【0043】図8は、分光結晶13の具体例を示す説明図である。分光結晶13の長さは30mm程度であって、中央をM、X線焦点A側の端部をL、照射位置B側の端部をNにおいて、X線焦点Aと中央Mの距離 $AM = 17.5\text{mm}$ 、中央Mと照射位置Bの距離 $MB = 30.6\text{mm}$ に設定する。使用するX線はW-L β 1線で波長 $\lambda = 1.2818\text{\AA}$ である場合、X線入射角度 θ および分光結晶13の面間隔 d は次の表1のようになる。

【0044】

【表1】

X線入射位置	X線入射角度 θ (deg)	面間隔 d (Å)
L	1.786	20.56
M	1.749	21.00
N	1.721	21.34

【0045】なお、LとMの間およびMとNの間は、X線入射角度 θ の変化に応じて、面間隔 d が連続的に変化している。

【0046】こうしてX線入射位置に応じて分光結晶の面間隔を空間的に変化させることによって、X線の収束効率を向上させることが可能である。

【0047】

【発明の効果】以上詳説したように本発明によれば、分光結晶によって単色化されたX線を試料上に効率良く収束できるため、X線発生手段からのX線利用効率が向上して、励起X線の強度を格段に向上できる。さらに、励起X線強度が強くなることによって、信号S/N比および測定分解能が向上し、測定時間の短縮化を図ることができる。また、X線利用効率が良くなることによって、X線管などのX線発生手段の小型軽量化が可能になり、装置の小形化や運転費用削減が実現する。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の一実施例を示すブロック図である。

【図2】図1における分光結晶13、X線焦点Aおよび照射位置Bの配置を示す概略図である。

【図3】本発明の他の実施例を示すブロック図である。

【図4】図3における分光結晶13、X線焦点Aおよび照射位置Bの配置の一例を示す概略図である。

【図5】図3における分光結晶13、X線焦点Aおよび照射位置Bの配置の他の例を示す概略図である。

【図6】図4および図5の集中光学系におけるX線回折条件を示す拡大図であり、図6(a)は回折格子面の面間隔 d が一定である場合、図6(b)は回折格子面の面間隔 d が場所によって変化している場合を示す。

【図7】回折格子面の面間隔 d を空間的に変化させた分光結晶13の製造方法を示す構成図である。

【図8】分光結晶13の具体例を示す説明図である。

【符号の説明】

1 蛍光X線分析装置

2 試料

3、4 X線束

5 蛍光X線

10 X線発生器

11 回転対陰極

12 フィラメント

13 分光結晶

14、15 コリメータ

16 スリット

17 X線カウンタ

20 X線検出器

21 前置増幅器

22 比例増幅器

23 波高分析器

24 データ処理器

25 テーブル駆動部

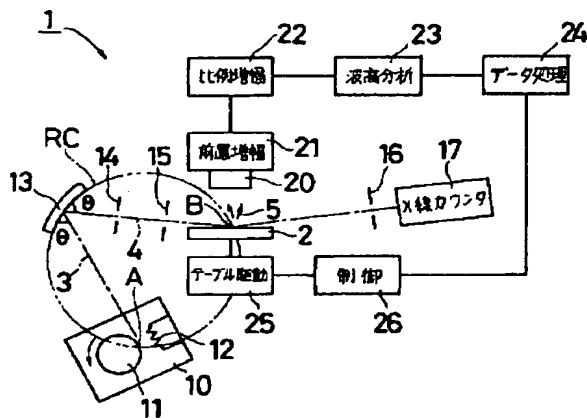
26 制御部

33 シャッタ

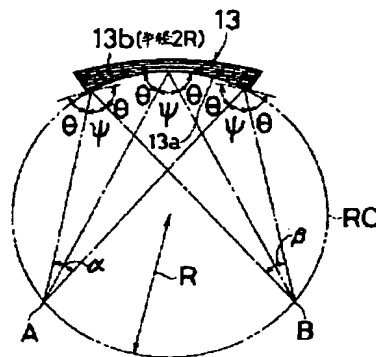
A X線焦点

B 照射位置

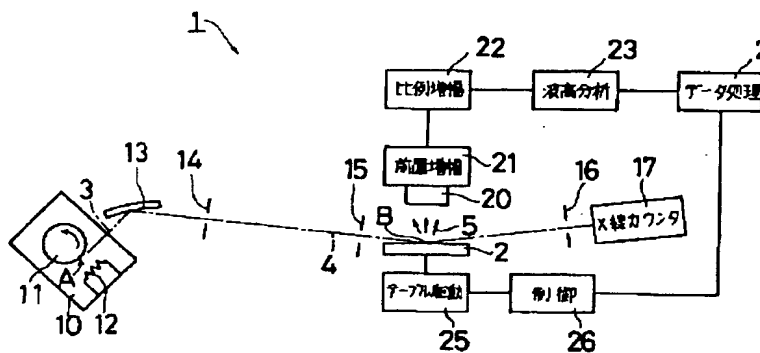
【図1】



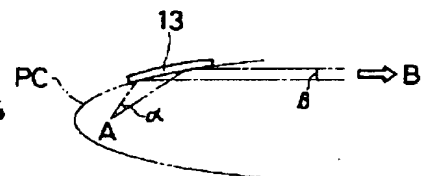
【図2】



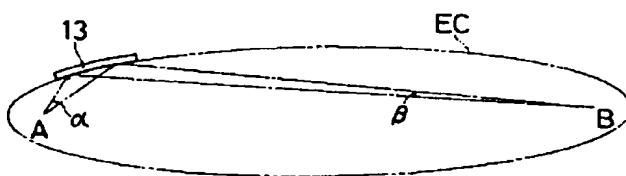
【図3】



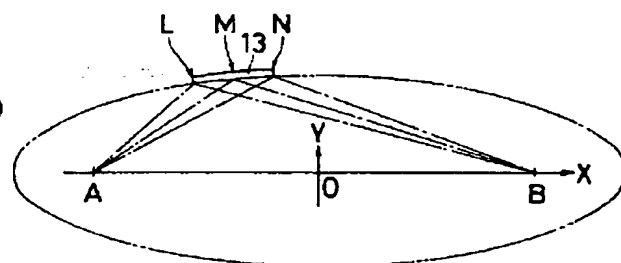
【図5】



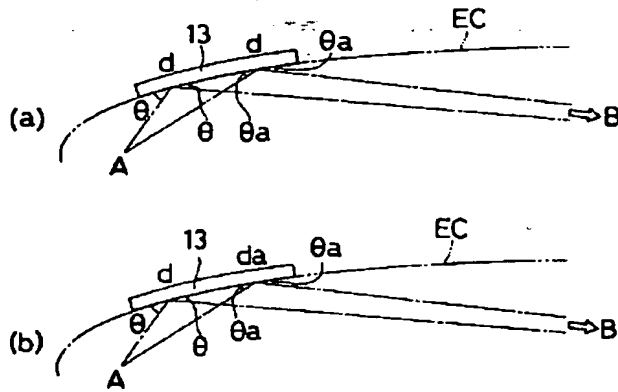
【図4】



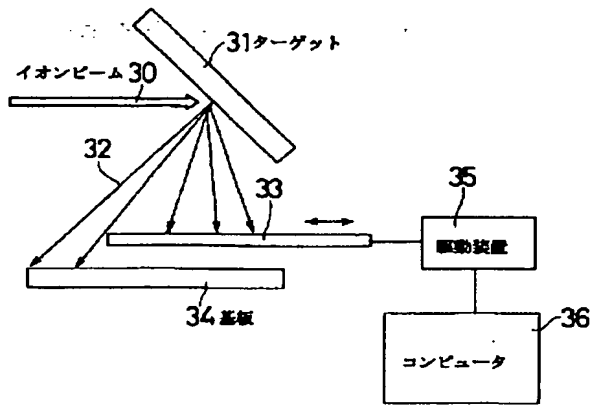
【図8】



【図6】



【図7】



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKewed/SLANTED IMAGES**
- ☒ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.